## Insulating tape useful for making insulating sleeve for electric w

Patent Number:

DE19531955

Publication date:

1997-03-06

Inventor(s):

PIECHA GERHARD DIPL ING (DE); ROGLER WOLFGANG DIPL CHEM DR (DE);

SWIATKOWSKI GERNOT DIPL ING DR (DE)

Applicant(s):

SIEMENS AG (DE)

Requested Patent:

DE19531955

Priority Number(s):

Application Number: DE19951031955 19950830

DE19951031955 19950830

IPC Classification:

H01B3/00: C08L63/00: C08K5/205: C08J5/24: C08J3/24: C08K3/34: C08K5/01:

C08L83/04; C08L75/04; H02K3/30; H02K15/12

EC Classification:

C08G59/40B2B, C08G18/00D, C08G18/28D6M, C08G59/68D, H01B3/04, H01B3/30B,

H01B3/40, H02K3/30

Equivalents:

#### **Abstract**

Insulating tape, for making insulating sleeves for electric wires impregnated with a reactive resin compsn. based on epoxide and isocyanate by the VPI (vacuum conditioning and pressure impregnation) technique, contains dielectric inorganic material, a binder and an amine accelerator for curing the impregnating resin. The accelerator is a reaction prod. (I) of a mono-OH-functional tert. amine (II) and an aromatic polyisocyanate (III) and is free from OH and NCO gps..

Data supplied from the esp@cenet database - I2

			•
	1		
20			
	4		
		,	
	×		
		•	
*	·		



## (9) BUNDESREPUBLIK **DEUTSCHLAND**

# <sup>®</sup> Off nl gungsschrift

# DE 19531955 A1



**DEUTSCHES PATENTAMT** 

Aktenzeichen: Anmeldetag:

Offenlegungstag:

195 31 955.9

30. 8.95

6. 3.97

(f) Int. Cl.6:

# H 01 B 3/00

C 08 L 63/00 C 08 K 5/205 C 08 J 5/24 C 08 J 3/24 C 08 K 3/34 C 08 K 5/01 C 08 L 83/04 C 08 L 75/04

H 02 K 3/30 // H02K 15/12-

(7) Anmelder:

Siemens AG, 80333 München, DE

(72) Erfinder:

Piecha, Gerhard, Dipl.-Ing., 90439 Nürnberg, DE; Rogler, Wolfgang, Dipl.-Chem. Dr., 91096 Möhrendorf, DE; Swiatkowski, Gernot, Dipl.-Ing. Dr., 13629 Berlin, DE

- (54) Isolierband zur Herstellung einer imprägnierten Isolierhülse für elektrische Leiter
- Bei einem Isolierband, das zur Herstellung einer mit einem Tränkharz in Form einer Reaktionsharzmasse auf Epoxid/Isocyanat-Basis nach der VPI-Technik imprägnierten Isolierhülse für elektrische Leiter dient und das durchschlagsfestes anorganisches Material, ein Bindemittel und einen aminischen Beschleuniger für die Härtung des Tränkharzes enthält, ist der Beschleuniger ein OH- und NCO-gruppenfreies Umsetzungsprodukt aus einem monohydroxyfunktionellen tertiären Amin und einem aromatischen Polyisocyanat.

#### Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Isolierband zur Herstellung einer mit einem Tränkharz in Form einer Reaktionsharzmasse auf Epoxid/Isocyanatbasis nach der VPI-Technik imprägnierten Isolierhülse für elektrische Leiter, das durchschlagsfestes anorganisches Mat rial, ein Bindemittel und einen aminischen Beschleuniger für die Hartung des Tränkharzes enthält.

Rotierende elektrische Maschinen werden heutzutage im allgemeinen für die Temperaturklasse F gefertigt, d. h. für thermische Belastungen bis zu 155°C. Insbesondere bei Bahnmotoren wird — aufgrund kompakterer Bauweise und höherer Leistung — zunehmend auch die Temperaturklasse H (Grenzübertemperatur von 180 K

nach VDE 0535, Teil 1) ausgeführt.

Die Wicklungen von rotierenden elektrischen Maschinen und Bahnmotoren bestehen aus einzelnen Wicklungselementen, die sich aus mehreren gegeneinander isolierten Teilleitern zusammensetzen, welche von einer Hauptisolierung umgeben sind. Die Hauptisolierung ist aus mehreren Lagen eines Isolierbandes, im allgemeinen ein Glimmerband, aufgebaut, das durch Verkleben von Glimmer auf einer flexiblen Unterlage, wie Glasseide, hergestellt wird. Zur Herstellung einer Isolierhülse für elektrische Leiter, beispielsweise für Wicklungselemente einer elektrischen Maschine, wird das Isolierband um die Wicklungselemente gewickelt. Diese "trockene Wicklung" wird bei erhöhter Temperatur (ca. 30 bis 70°C) im Vakuum konditioniert und dann mit einem Tränkharz unter Überdruck imprägniert. Das Imprägnieren erfolgt dabei vorzugsweise nach der VPI-Technik, d. h. nach dem Vakuum-Druck-Imprägnierverfahren. Zur Herstellung von Wicklungsisolierungen der Klasse H werden als Isoliersysteme Siliconharze und Esterimidharze verwendet.

Um die geforderten mechanischen Eigenschaften zu erreichen, bedarf es aber zusätzlicher Maßnahmen zur Verstärkung. Als Tränkharze sind in letzter Zeit auch Systeme auf der Basis von Epoxiden und Isocyanaten

sowie auf der Basis von Isocyanaten und ungesättigten Verbindungen bekanntgeworden.

Im Isolierband ist ein Reaktionsbeschleuniger enthalten, der bewirkt, daß das beim Imprägnieren in das Band eindringende Tränkharz bei niedrigen Temperaturen (ca. 30 bis 40°C) innerhalb von etwa 4 bis 6 h so geliert, daß nach dem Herausnehmen der Wicklung aus dem Tränkbad und beim Aufheizen auf die Nachhärtungstemperatur das Tränkharz nicht wieder aus der Isolierung herausläuft. Aufgrund von herausgelaufenem Tränkharz

erzeugte mangelhafte Isolierungen haben namlich ungenügende elektrische Eigenschaften.

Aus Glimmerbändern gewickelte Isolierungen für elektrische Leiter in Hochspannungsmaschinen und Bahnmotoren für die Klasse H werden mit Reaktionsharzsystemen in der Ganztränktechnik imprägniert. Mit Epoxid/ Isocyanat-Tränkharzsystemen (EP/IC-Harze) können, gegebenenfalls durch Zusatz olefinisch ungesättigter Verbindungen (ohne aktiven Wasserstoff), Isolierformstoffe erzeugt werden, welche die Anforderungen der Klasse H erfüllen (siehe dazu: DE-OS 23 08 802, DE-OS 24 32 952, DE-OS 24 44 458 und DE-OS 27 22 400). Die Verarbeitung derartiger EP/IC-Harze nach der VPI-Technik stellt besonders an den Reaktionsbeschleuniger extrem hohe Anforderungen. Zur Gewährleistung kurzer Imprägnier- bzw. Gelierzyklen und geringer Abtropfverluste nach dem Imprägniervorgang sowie zur Verringerung des Energieaufwandes durch gemäßigte Imprägniertemperaturen werden namlich hochreaktive Beschleuniger benötigt. Da die Konditionierung der zu imprägnierenden Teile im Vakuum durchgeführt wird, muß der im Isolierband enthaltene Reaktionsbeschleuniger einen ausreichend niedrigen Dampfdruck besitzen. Niedrigsiedende Beschleunigerkomponenten können aber bei der Konditionierung aus dem Isolierband ausgasen und auf diese Weise die Fertigungssicherheit negativ beeinflussen sowie die Einhaltung arbeitshygienischer Auflagen gefährden. Da hochreaktive Beschleuniger ein gute Migrationsfähigkeit besitzen und deshalb die geforderte Lagerstabilität des Tränkharzvorrates nicht mehr gewährleistet werden kann, wurden bereits Versuche mit Reaktionsbeschleunigern unternommen, die in das Isolierband eingebaut werden können. Durch derartige einbaubare Beschleuniger sollte sich die Gebrauchsdauer der Imprägnierharzmischungen deutlich erhöhen lassen.

Wie bereits erwähnt, werden für die Herstellung von wärmebestandigen Isoliersystemen der Klasse H—neben Esterimid- und Siliconharzen — sogenannte EP/IC-Harze eingesetzt (siehe dazu auch: DE-OS 36 44 382 und DE-OS 39 04 156). Die aus diesen EP/IC-Harzen, die olefinisch ungesättigte Verbindungen enthalten können, hergestellten Formstoffe zeichnen sich durch eine hohe thermische Beständigkeit sowie durch gute mechanische und dielektrische Eigenschaften aus, auch bei höheren Temperaturen. Diese Eigenschaften werden den Formstoffen hauptsächlich durch im Netzwerk überwiegend vorhandene Isocyanuratstrukturen verliehen. Die beim Netzwerkaufbau erwünschte Bildung von Isocyanuratringen wird dabei entscheidend durch den verwendeten Beschleuniger beeinflußt. Hierfür werden üblicherweise tertiäre Amine und Imidazole eingesetzt, die selbst bei gemäßigten Temperaturen aktiv sind und die Vernetzung des Harzsystems initiieren (siehe dazu: EP-PS 0 130 454). Besonders geeignete Reaktionsbeschleuniger sind aliphatische und aromatische tertiäre Mo-

no-, Di- und Triamine sowie substituierte Imidazole und andere N-substituierte Heterocyclen.

Die Anhärtung von EP/IC-Harzen der genannten Art wird bei Temperaturen im Bereich von Raumtemperatur bis ca. 50°C durchgeführt. Die Gründe hierfür sind die Einhaltung der MAK-Grenzwerte für die verwendete Isocyanatkomponente bzw. die olefinisch ungesättigte Verbindung (Fertigungssicherheit), die Einsparung von Energiekosten, wenn ein großer Tränkharzvorrat nur auf eine niedrigere Temperatur aufgeheizt werden muß (ca. 40°C), und die Erhöhung der geforderten Viskositätsstabilität der Tränkharzmischung.

Da die Viskositätsstabilität eine der wichtigsten Anforderungen an Tränkharzsysteme darstellt, werden standig Anstrengungen zu deren Verbesserung unternommen. Zur Imprägnierung eingesetzte Reaktionsharze, die einen latenten Reaktionsbeschleuniger beinhalten (siehe dazu: EP-PS 0 130 454), weisen zwar ohne thermische Belastung eine ausgezeichnete Lagerstabilität auf. Um diese Reaktionsharze in der Wicklungsisolierung in einem vertretbaren Zeitraum zum Gelieren zu bring n, müssen aber h h re Temperaturen ang wendet werden. Dies kann jedoch bereits nach wenigen Tränkvorgängen zu einem deutlichen Viskositätsanstieg führen, so daß die Fertigungssicherheit nicht m hr vollständig gewährleistet ist.

Aus diesem Grunde wird, wie bereits erwähnt, der Reaktionsbeschleuniger nicht m hr im Tränkharzvorrat vorgelegt, sondern an derjenigen Stelle deponiert, wo der Geliervorgang bevorzugt initiiert werden soll, nämlich im Isolierband (siehe dazu beispielsweise: EP-OS 0 355 558). Dies kann auf verschiedene Weise erfolgen. Entweder wird das Isolierband mit einer den Reaktionsbeschleuniger enthaltenden Lösung behandelt (durch Bestreichen, Besprühen oder Eintauchen) oder die für den Tränkprozeß vorbereiteten, mit Isolierband umwickelten Maschinenteile werden in eine Beschleunigerlösung getaucht. Anschließend wird dann in beiden Fallen das Lösemittel wieder entfernt.

In Isolierbändern adsorptiv gebundene Beschleuniger besitzen oft die Eigenschaft, während des Imprägniervorganges in das Tränkharz zu migrieren, besonders bei höheren Temperaturen. Diese stufenweise Kontaminierung des Harzvorrates ist mit einem stetigen Anstieg der Viskosität verbunden, der bei sehr reaktiven Beschleunigern stärker ausgeprägt ist. Es besteht daher, wie bereits erwähnt, Interesse an Reaktionsbeschleunigern, die in
den Isolierbandkleber chemisch einbaubar sind und dadurch die geforderte Fertigungssicherheit gewährleisten.

Mit der EP/IC-Isoliertechnik liegt eine weniger aufwendige und damit kostengünstige Alternative zu Esterimid- und Siliconharzen vor, die das Eigenschaftsniveau dieser Harze zum Teil übertrifft. Bei dieser Technik werden derzeit aber Isolierbander auf Siliconbasis eingesetzt, die mit dem EP/IC-Tränkharz nicht uneingeschränkt verträglich sind. Ferner treten bei den bisher verwendeten reaktiven Beschleunigern, die aufgrund eines niedrigen Dampfdruckes für die Verarbeitung nach der VPI-Technik geeignet erscheinen, nach dem Gelierprozeß deutliche Abtropfverluste auf, welche die dielektrischen Eigenschaften der Wicklungsisolierung negativ beeinflussen.

Aufgabe der Erfindung ist es, ein Isolierband der eingangs genannten Art, das einen die Härtungsreaktion des EP/IC-Tränkharzes anregenden Beschleuniger enthalt, derart auszugestalten, daß es zusammen mit dem Tränkharz ein Isoliersystem der Temperaturklasse H mit guten Verbundeigenschaften ergibt. Dabei ist erforderlich, daß der im Isolierband enthaltene Reaktionsbeschleuniger eine ausreichende Reaktivität besitzt, so daß beispielsweise nach einer Gelierzeit von 3 bis 5 Stunden bei ca. 30 bis 40°C beim VPI-Verfahren keine Abtropfverluste auftreten. Ferner muß der Beschleuniger VPI-kompatibel sein, um die Fertigungssicherheit zu gewährleisten, und außerdem darf er während des Tränkprozesses nicht in den Tränkharzvorrat migrieren, damit die geforderte Viskositätsstabilität von etwa sechs Monaten (bei Raumtemperatur) gewährleistet ist.

Dies wird erfindungsgemäß dadurch erreicht, daß der Beschleuniger ein OH- und NCO-gruppenfreies Umsetzungsprodukt aus einem monohydroxyfunktionellen tertiären Amin und einem aromatischen Polyisocyanat ist.

Beim Gegenstand nach der vorliegenden Erfindung ist folgendes von Bedeutung. Die bislang zur Reaktionsbeschleunigung eingesetzten hochreaktiven Amine weisen im allgemeinen einen zu hohen Dampfdruck auf und sind damit für die Fertigung von Isolierhülsen nach der VPI-Technik nicht geeignet. Bei den Beschleunigern nach der Erfindung, die Umsetzungsprodukte von hydroxyfunktionellen Aminen mit Polyisocyanaten sind, wird dagegen durch die Molekülvergrößerung eine Absenkung des Dampfdruckes bewirkt. Damit ist eine Verarbeitbarkeit nach der VPI-Technik gewährleistet.

Die Aminkomponente des Reaktionbeschleunigers nach der Erfindung besitzt vorteilhaft folgende Struktur:

35

mit  $X = CH_2$ , O oder NR<sup>3</sup>,  $R^1$ ,  $R^2 = C_1$ - bis  $C_8$ -Alkyl,

45

$$\sim$$
 CH<sub>2</sub>— oder  $\sim$  R<sup>4</sup> N—(CH<sub>2</sub>)<sub>x</sub>—  $\sim$  50

und  $R^3$ ,  $R^4$ ,  $R^5 = C_1$ - bis  $C_8$ -Alkyl, x = 2 bis 5.

Vorzugsweise ist das Amin ein N-substituiertes 1-Amino-2-hydroxypropan, insbesondere Bis-(N,N-dimethyla-55 minopropyl)-1-aminopropan-2-ol, d. h. eine Verbindung folgender Struktur:

Die Isocyanatkomponente (Polyisocyanat), bei der die NCO-Gruppen an aromatischen Kernen sitzen, ist vorteilhaft ein Diisocyanat der Struktur OCN-R<sup>6</sup>-NCO oder ein Triis cyanat der Struktur 65 CH<sub>3</sub>-CH<sub>2</sub>-C(R<sup>7</sup>-NCO)<sub>3</sub>, wobei folgendes gilt:

mit  $R^8 = [(CH_2)_m - O]_n -$ , m = 2 oder 3 und n = 1 bis 10;

5

30

$$R^7 = -CH_2 - C - C - NH - CH_3$$

Vorzugsweise sind die Polyisocyanate urethanmodifizierte Di- oder Triisocyanate, d. h. sie weisen Urethangruppierungen -NH-CO-O- auf.

Die Umsetzung zwischen dem hydroxyfunktionellen Amin und dem Polyisocyanat, bei der Urethangruppierungen gebildet werden, verläuft beispielsweise nach folgender Reaktionsgleichung:

Die Umsetzung selbst wird in einem getrockneten, niedrigsiedenden Lösemittel, wie Dichlormethan, durchgeführt. Dabei wird im allgemeinen eine Lösung des Polyisocyanats unter Rühren zu einer Lösung des Amins getropft. Da die OH-funktionellen Amine eine sehr hohe Basizität besitzen, ist kein Katalysator erforderlich. Außerdem kann die Umsetzung bei Raumtemperatur durchgeführt werden. Es ist aber notwendig, daß im Endprodukt keine nicht-umgesetzten OH- bzw. NCO-Funktionalitäten verbleiben, d. h. das Umsetzungsprodukt soll im wesentlichen frei von Hydroxylgruppen (OH) und Isocyanatgruppen (NCO) sein.

Die Umsetzungsprodukte der monohydroxyfunktionellen tertiären Amine mit den aromatischen Polyisocyanaten sind hochviskose braune Flüssigkeiten; sie zeichnen sich durch eine gute Verarbeitbarkeit und eine gute Kompatibilität mit EP/IC-Tränkharzen aus. Umsetzungsprodukte aus urethanmodifizierten Polyisocyanaten zeigen überraschenderweise auch sehr gute Eigenschaften als Glimmerbandkleber. In diesem Fall ist der Reaktionsbeschleuniger quasi chemisch in das Bindemittel des Isolierbandes eingebaut.

Die Reaktivität des beim VPI-Prozeß in das Isolierband eingedrungenen Tränkharzes hangt unter anderem vom Gehalt des Isolierbandes an beschleunigenden Funktionen ab. Die Einstellung der Menge an beschleunigenden Funktionen ist über den Beschleunigergehalt sowie über das Molverhältnis von Amin- und Isocyanatkomponente des Beschleunigers einst Ilbar. Da bei dessen Herstellung jeweils eine OH-Gruppe mit einer NCO-Gruppe umgesetzt wird (und keine nicht-umgesetzten Funktionalitäten zurückbleiben sollen), führen Umsetzungen mit Polyisocyanaten mit einem hohen NCO-Wert zu Produkten mit einem hohen Gehalt an beschleunigenden Funktionen, d. h. tertiären N-Atomen.

Der Gehalt des Isolierbandes an Beschleuniger beträgt vorteilhaft zwischen 0,5 und 20 g/m², v rzugsweise zwischen 1 und 10 g/m², jeweils bezogen auf das Isolierband. Allgemein ist erforderlich, daß im Isolierband eine ausreichend hohe Beschleunigerkonz ntration v rli gt, um in Geli ren des in die Is lierung ingedrungen n Tränkharz es bei niedriger Temperatur innerhalb der gewünschten Zeitspanne zu gewährleisten.

Die Isolierbänder nach der Erfindung mit den speziellen Reaktionsbeschleunigern bieten den weiteren Vorteil, daß herkömmliche Bandkleber, d. h. Bindemittel, verwendet werden können, beispielsweis Silicon- und Urethankleber. Bei geeigneter Wahl der Isocyanatkomponente können die Umsetzungsprodukte aus hydroxyfunktionellem Amin und Polyisocyanat aber sogar selbst als Bindemittel verwendet werden. Der Gehalt des Isolierbandes an Bindemittel beträgt im übrigen im allgemeinen etwa zwischen 5 und 20 g/m², bezogen auf das Isolierband.

Vorteilhafte Ausgestaltungen der Isolierbander nach der Erfindung bestehen darin,

- daß das anorganische Material aus Glimmerblättchen oder Feinglimmerschichten besteht,
- daß das Bindemittel ein Silicon- oder Urethankleber ist und
- daß das Tränkharz zusätzlich eine olefinisch ungesättigte Verbindung enthalt, insbesondere Styrol oder Vinyltoluol (Methylstyrol).

Die Isolierbänder dienen vorzugsweise zur Herstellung von Isolierhülsen für die Wicklungsstäbe bzw. Spulen elektrischer Maschinen.

Mittels der speziellen Reaktionsbeschleuniger nach der Erfindung hergestellte Isolierformstoffe auf EP/IC-Basis zeichnen sich durch sehr gute Verbundeigenschaften aus, die vor allem auf die hohe Kompatibilität zwischen dem Bindemittel und dem Tränkharz zurückzuführen sind. So wird erst durch diese Reaktionsbeschleuniger eine Verarbeitung des EP/IC-Tränkharzes nach der VPI-Technik ermöglicht. Weiterhin wird dadurch die Tränkbadstabilität und die Lagerfähigkeit der beschleunigerhaltigen Isolierbander verbessert.

Anhand von Ausführungsbeispielen soll die Erfindung noch naher erläutert werden.

## Beispiel 1

## Herstellung von Reaktionsbeschleunigern

Zur Herstellung der Beschleuniger dient das monohydroxyfunktionelle tertiäre Amin Bis-(N,N-dimethylaminopropyl)-1-aminopropan-2-ol (OH-Wert: 0,408 mol/100 g), im folgenden kurz "Amin" genannt. Dabei wird zu
einer Lösung von 0,2 mol des Amins in 50 ml getrocknetem Dichlormethan bei Raumtemperatur unter Rühren
langsam eine Lösung von 0,1 mol eines Polyisocyanats (siehe dazu Tabelle 1) in 15 ml getrocknetem Dichlormethan getropft. Nach beendeter Reaktion wird das Lösemittel im Vakuum entfernt (bis zur Gewichtskonstanz).
Die erhaltenen Umsetzungsprodukte — mittel- bis hochviskose, bräunlich gefärbte Flüssigkeiten — sind in
Tabelle 1 charakterisiert.

Tabe	elle 1
------	--------

Reaktions- beschleuniger (RB)	RB 1 *)	RB 2 *)	RB 3 *)	40
Masse- verhāltnis Amin/RB	0,64	0,42	0,16	45
Viskositāt	mittelviskos	hochviskos	zāhelastisch	45
Lösemittel	Ethanol, Aceton, Tetrahydrofuran	Ethylacetat, Aceton, Tetra- hydrofuran	Ethylacetat, Methylethyl- keton, Tetra- hydrofuran	50
Lôslichkeit im Trānkharz	gut	māßig	māßig	55

- \*) Polyisocyanat-Komponente
  - RB 1: Diphenylmethandiisocyanat (NCO-Gehalt: 33 %)
  - RB 2: urethanmodifiziertes Triisocyanat (NCO-Gehalt: 13 %)

65

60

10

15

20

25

35

## **Beispiel 2**

## Reaktivität von EP/IC-Tränkharzmischungen

Zur Untersuchung der Reaktivität werden die Gelierzeiten von EP/IC-Tränkharzmischung n, welche die Reaktionsbeschleunig r nach Beispiel 1 enthalten, bei verschieden n Temperaturen bestimmt. Dazu werden Gemische aus 100 Masseteilen Diphenylmethandiisocyanat (NCO-Wert: 0,793 mol/100 g) und 3,2 Masseteilen Bisphenol-A-diglycidylether (EP-Wert: 0,57 mol/100 g) 6 h auf 90°C erhitzt; nach dem Abkühlen auf Raumtemperatur werden 30 Masseteile Styrol zugemischt. Den dabei erhaltenen EP/IC-Tränkharzmischungen wird jeweils eine solche Menge an Reaktionsbeschleuniger zugesetzt, daß sie in der Mischung einem Anteil an der tert.-Amin-Komponente von 1,33 Masseteilen bzw. 1,0 Masse-% entspricht. Die Zugabe des Beschleunigers erfolgt bei Raumtemperatur unter Rühren innerhalb von 10 min bzw. innerhalb eines zur vollständigen Auflösung erforderlichen Zeitraumes.

Zur Messung der Gelierzeit werden Reagenzgläser, die mit der beschleunigerhaltigen Tränkharzmischung gefüllt sind, in auf 30°C, 50°C bzw. 70°C eingestellte Thermostaten eingetaucht. Der Gelierpunkt ist dann erreicht, wenn der Harzspiegel bei horizontaler Lage des Reagenzglases innerhalb von 10 bis 15 s nicht mehr beweglich ist. Eine Stunde nach dem Gelierende werden die 30°C-Proben für 5 min auf eine Temperatur von ca. 100°C erhitzt. Durch Einstechen eines Spatels in die erwärmte Probe wird dann überprüft, ob eine Verflüssigung des gelierten Tränkharzes eingetreten ist, d. h. ob die beim Gelieren erfolgte Polymerisation reversibel ist (Vorliegen eines B-Zustandes). Die Versuchsergebnisse sind in Tabelle 2 zusammengefaßt, wobei — zum Vergleich — auch das Amin aufgeführt ist.

## Tabelle 2

Reaktions- beschleuniger (Konzentration)		elierzei n min be 50°C		Wieder- verflüssigung bei 100°C
Amin (1,0 %)	55	15	7	nein
RB 1 (1,6 %)	70	25	10	nein
RB 2 (2,4 %)	30	13	6	nein
RB 3 (6,2 %)	120	85	40	nein

25

30

35

40

60

65

#### Beispiel 3

#### Untersuchung des Gelierverhaltens bei Isolierbändern

In entsprechender Weise wie bei technischen Tränkverfahren werden beschleunigerhaltige Isolierbänder in ein beschleunigerfreies Tränkharz getaucht, und zwar bei definierten Temperaturen. Dazu werden Glimmerbänder verwendet, die aus je einer Lage Feinglimmer (Flächengewicht: 140 g/cm²) und Glasseidegewebe (Flächengewicht: 35 g/m²) aufgebaut sind; dazwischen befindet sich ein Bandkleber (Gehalt: 10 bis 12 g/m²). Die Glimmerbänder werden mit dem Reaktionsbeschleuniger versehen (Anteil an tert-Amin-Komponente: ca. 1,0 g/m²) und auf kleine Stahlzylinder aufgewickelt. Diese Proben werden 16 h bei Raumtemperatur im Vakuum (<1 mbar) konditioniert und dann in das Tränkharz eingetaucht. In Abständen von einer Stunde wird jeweils eine der Proben aus dem Tränkharz genommen, und dann wird die Kraft ermittelt, die zum Abrollen des Glimmerbandes vom Stahlzylinder erforderlich ist. Der Zeitpunkt des Gelierens ist bei einer Tränkzeit erreicht, bei der eine Abrollkraft von 2 bis 3 N erforderlich ist. Hier zieht das Harz nämlich deutlich Faden, d. h. es wird ein fortgeschrittener Gelierprozeß angezeigt; die Glimmerbandröllchen sind dann innen trocken. Die ermittelte Abrollkraft ist ein indirektes Maß für den Gelierzustand sowie für die Qualität des Verbundes in der Isolierung. In Tabelle 3 ist die Abrollkraft als Funktion der Gelierdauer angegeben, wobei — zum Vergleich — auch die Werte für das Amin angegeben sind.

Tabelle 3

Gelierdauer in h	Amin (1,0 g/m²		Abrollkraft in RB 1 (1,56 g/m²)		N   RB 3   (6,25 g/m²)		5
	30°C	50°C	30°C	50°C	30°C	50°C	
3	1,0	3,0	1,5	3,0	< 0,5	3,0	10
4	2,0	3,5	2,0	3,5	1,0	4,0	
5	3,0		3,0		1,5		
6					2,0		15
7.					2,5		

#### Beispiel 4

#### Formstoffeigenschaften nach thermisch-oxidativer Alterung

Zur Untersuchung der mechanischen und thermischen Eigenschaften von EP/IC-Isolierformstoffen wird eine 25 EP/IC-Tränkharzmischung entsprechend Beispiel 2 verwendet, die 1,04 Masseteile an Reaktionsbeschleuniger RB 1 enthält. Mit dieser Harzmischung werden in Mehrfachnormstabformen aus Stahl Normstäbe hergestellt (DIN 7708). Diese Normstäbe werden nach folgendem Temperaturprogramm gehärtet:
6 h bei Raumtemperatur, 16 h bei 60°C, 1 h bei 80°C, 2 h bei 100°C, 2 h bei 120°C, 2 h bei 140°C, 2 h bei 160°C,

2 h bei 180°C und 24 h bei 200°C.

An den Normstäben wird dann die Biegefestigkeit, die Schlagzähigkeit (Schlagbiegefestigkeit) und die Wärmeformbeständigkeit (Martenstemperatur) sowie der Gewichtsverlust bestimmt, und zwar vor und nach einer thermischen Alterung — jeweils für 16 Wochen — bei 180, 200, 220 und 240° C. Es zeigt sich, daß bei der Alterung die mechanischen Eigenschaften abnehmen, während die Formbeständigkeit unverändert bleibt. Der Gewichtsverlust bleibt bei 220° C bis zu 16 Wochen unterhalb 5% und weist damit, wie die anderen Ergebnisse, auf die gute thermische Beständigkeit des Isolierstoffsystems hin. Die Meßergebnisse sind im einzelnen in Tabelle 4 zusammengefaßt, wobei zunächst jeweils die Anfangswerte und dann die Werte nach 16wöchiger Alterung bei den verschiedenen Temperaturen angegeben sind.

Tabelle 4

20

40

60

	Biegefestig- keit N/mm²	Schlagbiege- festigkeit Nmm/mm²	Gewichts- verlust %	Martens- temperatur °C	45
	125	8,1	-	> 220	
				¥-	
180°C	118	5,5	2,1	> 220	50
200°C	100	5,0	3,3	> 220	
220°C	100	5,0	4,8	> 220	
240°C	90	4,8	6,5	> 220	55

#### Patentansprüche

1. Isolierband zur Herstellung einer mit einem Tränkharz in Form einer Reaktionsharzmasse auf Epoxid/ Isocyanatbasis nach der VPI-Technik imprägnierten Isolierhülse für elektrische Leiter, das durchschlagsfestes anorganisches Material, ein Bindemittel und einen aminischen Beschleuniger für die Hartung des Tränkharzes enthält, dadurch gekennzeichnet, daß der Beschleuniger ein OH- und NCO-gruppenfreies Umsetzungsprodukt aus einem monohydroxyfunktionellen tertiären Amin und einem aromatischen Polyisocyanat ist.

2. Isolierband nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das tertiäre Amin folgende Struktur besitzt

7

mit  $X = CH_2$ , O oder  $NR^3$ ,  $R^1$ ,  $R^2 = C_1$ - bis  $C_8$ -Alkyl,

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

CH<sub>2</sub>— oder

und  $R^3$ ,  $R^4$ ,  $R^5 = C_1$ - bis  $C_8$ -Alkyl, x = 2 bis 5.

3. Isolierband nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß das Amin ein N-substituiertes 1-Amino-2-hydroxypropan ist, insbesondere Bis-(N-N-dimethylaminopropyl)-1-aminopropan-2-ol.

4. Isolierband nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß das Polyisocyanat ein Diisocyanat der Struktur OCN-R<sup>6</sup>-NCO oder ein Triisocyanat der Struktur CH<sub>3</sub>-CH<sub>2</sub>-C(R<sup>7</sup>-NCO)<sub>3</sub> ist, wobei folgendes gilt:

$$R^6 = CH_3 - CH_2 - CH_2 - CH_2$$

mit  $R^8 = -[(CH_2)_m - O]_n -$ , m = 2 oder 3 und n = 1 bis 10;

$$R^7 = -CH_2 - C - C - NH - CH_3$$

5. Isolierband nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß das Polyisocyanat ein urethanmodifiziertes Di- oder Triisocyanat ist.

6. Isolierband nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß der Gehalt an Beschleuniger zwischen 0,5 und 20 g/m² beträgt, vorzugsweise zwischen 1 und 10 g/m².

7. Isolierband nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß das anorganische Material aus Glimmerblättehen oder Feinglimmerschichten besteht.

8. Isolierband nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß das Bindemittel ein Silicon- oder Urethankleber ist.

9. Isolierband nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß das Tränkharz zusätzlich eine olefinisch ungesättigte Verbindung enthält, insbesondere Styrol oder Vinyltoluol.
 10. Verwendung des Isolierbandes nach einem oder mehreren der Ansprüch 1 bis 9 zur Herstellung von Isolierhülsen für die Wicklungsstäbe bzw. Spulen elektrischer Maschinen.

65